

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-064235

(43)Date of publication of application : 05.03.2003

(51)Int.Cl.

C08L 33/02
C08F 2/10
C08F 2/44
C08F 20/06
C08F265/02
C08J 9/06
// A61F 13/53
A61L 15/60

(21)Application number : 2001-258941

(71)Applicant :

TOAGOSEI CO LTD

(22)Date of filing : 29.08.2001

(72)Inventor :

NOMURA KOJI
MIHO SUSUMU
KUBOTA KOZO
YAMAMOTO KOJI
ATSUJI MINORU

(54) PREPOLYMER FOR WATER-ABSORBENT RESIN

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a prepolymer which is used as a precursor of a water-absorbent resin, has excellent processability and can be handled easily when a water-absorbent resin composite material represented by a paper diaper or a sanitary napkin is manufactured.

SOLUTION: The prepolymer for a water-absorbent resin comprizes a water-soluble monomer mainly composed of acrylic acid and/or an acrylic acid salt, its polymer and water. The polymer has a weight-average mol.wt. of 500,000 or above. The content of the polymer is 0.1-50 mass % based on the sum of the monomer and the polymer.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Japanese Publication for Unexamined Patent Application

No. 64235/2003 (Tokukai 2003-64235)

A. Relevance of the Above-identified Document

This document has relevance to all claims of the present application.

B. Translation of the Relevant Passages of the Document

[CLAIM 1]

A prepolymer for water-absorbing resin, the prepolymer comprising:

a water-soluble monomer consisting essentially of acrylic acid and/or acrylic acid salt;

a polymer of the water-soluble monomer; and

water,

a weight-average molecular weight of the polymer being not less than five hundred thousand,

an amount of the polymer being 0.1 to 50% by mass based on a total amount of the monomer and the polymer.

[TECHNICAL FIELD OF THE INVENTION]

The present invention relates to a prepolymer used as a precursor of water-absorbing resin in manufacturing a water-absorbing composite material typified by a paper

diaper, a sanitary napkin, and the like. The prepolymer of the present invention is an aqueous solution including (i) a water-soluble monomer consisting essentially of acrylic acid and/or acrylic acid salt and (ii) a polymer of the monomer. The prepolymer of the present invention has a suitable viscosity, and easy to shape into a sheet or fiber when hardened by polymerization. The water-absorbing composite material can be manufactured by combining the sheet or fiber with a base material (other fiber or sheet), and then processing the combination. Alternatively, the water-absorbing composite material can be obtained by directly applying the prepolymer onto a base material sheet, and hardening the prepolymer on the base material sheet.

[0004]

[MEANS TO SOLVE THE PROBLEMS]

Having conducted intensive studies to solve the foregoing problems, the inventors of the present invention finally completed the present invention. The present invention thus relates to a prepolymer for water-absorbing resin, the prepolymer including a water-soluble monomer consisting essentially of acrylic acid and/or acrylic acid salt; a polymer of the water-soluble monomer; and water, a weight-average molecular weight of the polymer being

not less than five hundred thousand, an amount of the polymer being 0.1 to 50% by mass based on a total amount of the monomer and the polymer.

[EMBODIMENT]

[0006]

The polymer included in the prepolymer is a polymer obtained by polymerizing an acrylic-acid-based monomer, and the weight-average molecular weight of the polymer is not less than five hundred thousand. It is more preferable if the weight-average molecular weight of the polymer is not less than one million. ...

[0007]

The coexistence of the polymer, monomer, and water may be attained by any method, with no particular limitation. Although the polymer may be dissolved in the monomer aqueous solution, it is more preferable if the monomer solution is polymerized in a low polymerization conversion ratio. By adding a polymerization initiator into the monomer aqueous solution, and causing thermal polymerization or photopolymerization, it is possible to manufacture a prepolymer that includes the monomer and polymer in the foregoing ratio. A preferred method of manufacturing the prepolymer is a photopolymerization method using ultraviolet rays. This is because the

polymerization conversion ratio is easy to control in the photopolymerization method using ultraviolet rays.

[0010]

...In order to convert the prepolymer into water-absorbing resin, a cross-linking monomer is added to the prepolymer, and the prepolymer is hardened by polymerization. The photopolymerization using ultraviolet rays is also preferable as a polymerization method employed at this stage.

[EXAMPLE 1]

(Manufacturing Prepolymer)

A monomer aqueous solution including (i) an aqueous solution of monomer components (70 mol% of sodium acrylate and 30 mol% of acrylic acid), the monomer components constituting 35% by mass, and (ii) 5% by mass (with respect to the monomer components) of 2-methoxyethyl acrylate was cooled to 20°C. Then, nitrogen gas was injected into the monomer aqueous solution, so that the amount of dissolved oxygen was not more than 1ppm. Into a 1000ml glass beaker, 500g of the monomer aqueous solution were poured. While stirring the monomer aqueous solution with a stirrer (three one motor) in the atmosphere of nitrogen, 0.01% by mass (with

respect to the monomer components) of 1-hydroxy-cyclohexyl-phenyl-ketone was mixed in as a photopolymerization initiator, and 0.1% by mass (with respect to the monomer components) of hypophosphorous acid soda was mixed in as a chain transfer agent. Next, in order to initiate polymerization, ultraviolet rays (a handy UV lamp, emission length: 365nm, model number: LUV-6, a product of Iuchi Seieido Co., Ltd.) were radiated into the 20°C reactant solution from a side surface of the glass beaker. The intensity of the ultraviolet rays radiated into the glass beaker was 0.5mW/cm² at the center of the beaker (in the vicinity of the central axis). When the temperature of the reactant solution reached 30°C after the ultraviolet rays were radiated for 10 minutes (light amount: 300m Joule/cm²), the ultraviolet ray lamp was turned off, and the beaker containing the reactant solution was cooled in an ice bath. A desired prepolymer 1 was thus obtained. The prepolymer 1 was a uniformly dispersed solution that contained 14% by mass of polymer that had a weight-average molecular weight of 5.5 million, and that had a viscosity of 18,000 mPa·s (25°C).

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-64235

(P 2 0 0 3 - 6 4 2 3 5 A)

(43) 公開日 平成15年 3 月 5 日 (2003. 3. 5)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード (参考)
C08L 33/02		C08L 33/02	4C003
C08F 2/10		C08F 2/10	4F074
2/44		2/44	C 4J002
20/06		20/06	4J011
265/02		265/02	4J026
審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 6 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2001-258941 (P 2001-258941)

(22) 出願日 平成13年 8 月 29 日 (2001. 8. 29)

(71) 出願人 000003034

東亜合成株式会社

東京都港区西新橋 1 丁目14番 1 号

(72) 発明者 野村 幸司

愛知県名古屋市中区昭和町17番地23 東亜
合成株式会社生産技術研究所内

(72) 発明者 美保 享

愛知県名古屋市中区昭和町17番地23 東亜
合成株式会社生産技術研究所内

(72) 発明者 窪田 耕三

愛知県名古屋市中区昭和町17番地23 東亜
合成株式会社生産技術研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 吸水性樹脂用プレポリマー

(57) 【要約】

【課題】 紙おむつ、生理用ナプキン等に代表される吸水性樹脂複合材の製造において吸水性樹脂の前駆体として使用され、取扱いが容易で加工性に優れるプレポリマーの提供。

【解決手段】 アクリル酸および／またはアクリル酸塩を主体とする水溶性単量体、そのポリマーおよび水からなり、該ポリマーの重量平均分子量が50万以上であり、かつ該ポリマーの含有量が前記単量体と該ポリマーの合計量を基準にして0.1～50質量%である吸水性樹脂用プレポリマー。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アクリル酸および／またはアクリル酸塩を主体とする水溶性単量体、そのポリマーおよび水からなり、該ポリマーの重量平均分子量が50万以上であり、かつ該ポリマーの含有量が前記単量体と該ポリマーの合計量を基準にして0.1～50質量%である吸水性樹脂用プレポリマー。

【請求項2】 前記ポリマーの重量平均分子量が100万以上である請求項1記載の吸水性樹脂用プレポリマー。

【請求項3】 粘度が500～100,000mPa・sである請求項1または2記載の吸水性樹脂用プレポリマー。

【請求項4】 請求項1、2または3記載の吸水性樹脂用プレポリマーおよび発泡剤からなる吸水性樹脂製造用組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】 本発明は、紙おむつ、生理用ナプキン等に代表される吸水性樹脂複合材の製造において吸水性樹脂の前駆体として使用されるプレポリマーに関するものである。本発明におけるプレポリマーは、アクリル酸および／またはアクリル酸塩を主体とする水溶性単量体とともに該単量体の重合体が含まれる水溶液であり、適度な粘度を有しており、重合、硬化させることにより容易にシートまたは繊維に成形できる。さらに、得られるシートまたは繊維を基材となる他の繊維またはシートと組み合わせて加工することにより上記吸水性樹脂複合材を製造することもできるし、プレポリマーを直接に基材シート等に塗布し、該基材シート上でプレポリマーを硬化させることによっても吸水性樹脂複合材を得ることができる。

【0002】

【従来技術およびその問題点】 従来紙おむつ、生理用ナプキン等の吸水性樹脂複合材は、紙、パルプまたは不織布等の基材シート上に、架橋されたポリアクリル酸等からなる吸水性樹脂粉末を均一に分散させ固着させるという方法で製造するのが一般的であった。固着方法としては、吸水性樹脂粉末をティッシュ、綿等とサンドイッチにする方法とか、パルプと吸水性樹脂粉末を混合した後にエンボス加工等の圧着処理をする方法等が採用されているが、かかる方法においては、固着が不完全なことが起こり易く、また粉を扱う点で取扱いが煩雑であるという問題があった。その点の改善に関する提案は現在に至るまで多数行われている。たとえば、特公平3-67712号または特公平7-64896号公報等においては、アクリル酸およびアクリル酸塩からなる単量体混合物の水溶液を基材シート上に散布して微細な粒子を形成させたり、または連続的に塗布して線を形成させた後に、電離放射線や微粒子イオン化放射線等の照射により

前記単量体混合物を重合させ、かつ架橋させるという方法が開示されている。

【0003】 一方、特許公報第2516221号においては、アクリル酸またはアクリル酸塩等の単量体とそれらの重合体との混合物を含んだ水溶液を繊維状基材上に塗布し、その後に単量体を重合させることを手段として採用する吸水性複合体の製法が開示されている。この特許公報に開示されている単量体とそれらの重合体との混合物の水溶液（この物は本発明におけるプレポリマーと概念的に同一であるため、以下プレポリマーという）

は、該重合体によって適度に増粘されており、単量体のみからなる水溶液では塗布されたとき繊維状基材に拡散的にしみ込みことによって生じる、繊維状基材の柔軟性が損なわれるという問題を解決した。しかしながら、上記特許公報第2516221号に開示されたプレポリマーは、平均分子量が20万程度の重合体を、単量体と重合体の合計量を基準にして50重量%以上含むものであり、かかるプレポリマーを重合、硬化させて得られる吸水性樹脂は分子量が高くなく吸水性能が今一步であった。本発明においては、吸水性樹脂複合材の製造に好適に使用され、かつ得られる複合材が吸水性能に優れたプレポリマーの提供を目的とした。

【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは上記課題を解決するために鋭意検討した結果、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、アクリル酸および／またはアクリル酸塩を主体とする水溶性単量体、そのポリマーおよび水からなり、該ポリマーの重量平均分子量が50万以上であり、かつ該ポリマーの含有量が前記単量体と該ポリマーの合計量を基準にして0.1～50質量%である吸水性樹脂用プレポリマーである。以下本発明についてさらに詳しく説明する。

【0005】

【発明の実施の形態】 本発明において使用される水溶性単量体は、アクリル酸および／またはアクリル酸塩（以下アクリル酸系単量体という）を主体とする水溶性単量体であり、それは架橋性単量体の共存下に重合することにより吸水性樹脂を与える単量体である。アクリル酸系単量体としては、アクリル酸の20～90モル%を塩基で部分中和して得られるアクリル酸およびアクリル酸塩の単量体混合物が好ましい。アクリル酸系単量体とともに併用し得る単量体（以下その他の単量体という）としては、2-（メタ）アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸等のアニオン性モノマーやその塩；（メタ）アクリルアミド、2-ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、2-ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、4-ヒドロキシブチル（メタ）アクリレート、2-メトキシエチル（メタ）アクリレート、2-メトキシプロピル（メタ）アクリレート、4-メトキシブチル（メタ）アクリレート、メトキシポリエチレングリコー

ル (メタ) アクリレート、ポリエチレングリコール (メタ) アクリレート、等のノニオン性親水性基含有モノマー; N, N-ジメチルアミノエチル (メタ) アクリレート、N, N-ジメチルアクリルアミド、N, N-ジメチルアミノプロピル (メタ) アクリルアミド、ジアリールジメチルアンモニウムクロライド等のアミノ基含有不飽和モノマーやそれらの4級化物等が挙げられる。上記その他の単量体のうち、好ましい単量体は、2- (メタ) アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸 (塩)、 (メタ) アクリルアミド、2-ヒドロキシエチル (メタ) アクリレート、2-ヒドロキシプロピル (メタ) アクリレート、4-ヒドロキシブチル (メタ) アクリレート、2-メトキシエチル (メタ) アクリレート、2-メトキシプロピル (メタ) アクリレート、4-メトキシブチル (メタ) アクリレート、ポリエチレングリコール (メタ) アクリレートおよびメトキシポリエチレングリコール (メタ) アクリレートからなる群から選ばれる単量体である。アクリル酸系単量体だけでは得られる重合体と単量体水溶液とが相分離し易いものに対して、その他の単量体を使用する場合には得られる重合体と単量体水溶液との相溶性が向上し相分離が起こり難い。上記単量体とアクリル酸系単量体と好ましい使用割合は、それらの合計量を基準にして1~30質量%である。また、水溶性単量体とそれを溶解する水性媒体の使用割合は、水溶性単量体の濃度として20~60質量%が好ましい。

【0006】プレポリマーに含まれるポリマーは、アクリル酸系単量体を重合して得られるポリマーであって、重量平均分子量が50万以上のものである。さらに好ましいポリマーの重量平均分子量は100万以上である。プレポリマーに含まれるポリマーの重量平均分子量が50万未満であるとプレポリマーを重合、硬化して得られる吸水性樹脂の吸水性能が劣る。本発明者らの実験結果では、ポリマーの重量平均分子量が20万の場合には後記した比較例1のように実用的な吸水性樹脂が得られなかった。プレポリマーに含まれるポリマーの量は、上記単量体とポリマーの合計量を基準にして0.1~50質量%であり、好ましくは1~30質量%である。ポリマーの割合が0.1質量%未満であると、プレポリマーの粘度が低過ぎてプレポリマーの使用 방법에制約がある。一方ポリマーの割合が50質量%を越えると、プレポリマーから得られる吸水性樹脂の吸水性能が劣る。また、プレポリマーの好ましい粘度は、取扱いの容易さの点で、500~100,000 mPa・s である。なお、この粘度はB型粘度計で25℃で測定した値である。

【0007】ポリマーを前記単量体および水とともに共存させる方法は特に限定されず、単量体水溶液にポリマーを溶解させても良いが、単量体水溶液を低重合転換率で重合させる方法が好ましい。単量体水溶液に重合開始剤を加えて、熱重合させたりまたは光重合させることに

より、単量体とポリマーとが前述の割合で含まれるプレポリマーを製造することができる。プレポリマーの好ましい製造方法は、重合転換率の制御が容易な点で、紫外線照射による光重合法である。光重合開始剤としてはベンゾイル系、アゾ系等の公知のものが使用できる。光重合開始剤の好ましい使用量は、単量体100質量部当たり0.001~0.1質量部である。光重合開始剤の量が0.001質量部未満であるとプレポリマーを得るのに長時間がかかり、一方開始剤の量が0.1質量部を越えるとプレポリマー中のポリマーの含有量の制御が難しい。

【0008】ベンゾイル基を有するラジカル系光重合開始剤の具体例としては、ベンゾイン、ベンジル、アセトフェノン、ベンゾフェノンおよびこれらの誘導体が挙げられる。該誘導体の例としては、ベンゾイン系のものとして、ベンゾインメチルエーテル、ベンゾインエチルエーテル、ベンゾインイソプロピルエーテル、ベンゾインイソブチルエーテル、アセトフェノン系のものとして、ジエトキシアセトフェノン、2, 2-ジメトキシ-1, 2-ジフェニルエタン-1-オン、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、2-メチル-1- (4- (メチルチオ) フェニル) -2-モンフォリノプロパン-1, 2-ベンジル-2-ジメチルアミノ-1- (4-モルフォリノフェニル) ブタノン-1, 2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オン、1- (4- (2-ヒドロキシエトキシ) -フェニル) -2-ヒドロキシジ-2-メチル-1-プロパン-1-オン、ベンゾフェノン系のものとして、O-ベンゾイル安息香酸メチル、4-フェニルベンゾフェノン、4-ベンゾイル-4'-メチルジフェニルサルファイド、3, 3', 4, 4'-テトラ (t-ブチルパーオキシカルボニル) ベンゾフェノン、2, 4, 6-トリメチルベンゾフェノン、4-ベンゾイル-N, N-ジメチル-N- [2- (1-オキシ-2-プロペニルオキシ) エチル] ベンゼンメタナミニウムブロミド、 (4-ベンゾイルベンジル) トリメチルアンモニウムクロリド、4, 4'-ジメチルアミノベンゾフェノン、4, 4'-ジエチルアミノベンゾフェノン等が挙げられる。アゾ系光重合開始剤の具体例としては、2, 2'-アゾビス [2-メチル-N- (2-ヒドロキシエチル) プロピオンアミド]、2, 2'-アゾビス (2-メチルプロピオンアミド) ジハイドレート、2, 2'-アゾビス [2-メチル-N- [1, 1-ビス (ヒドロキシメチル) エチル] プロピオンアミド]、2, 2'-アゾビス [2-メチル-N- [1, 1-ビス (ヒドロキシメチル) -2-ヒドロキシエチル] プロピオンアミド]、2, 2'-アゾビス (2-アミジノプロパン) 塩酸塩、2, 2'-アゾビス (2-メチルブチロニトリル) および2, 2'-アゾビス [2- (2-イミダゾリン-2-イル) プロパン] が好ましい。光重合に際して、単量体水溶液中に次亜リン酸ソーダ、メルカプトエタノール、イソプロパノール

等の連鎖移動剤を添加してもよい。

【0009】上記単量体の水溶液に照射される紫外線の好ましい照度は 10 mW/cm^2 以下である。実用的な範囲は $0.1 \sim 10 \text{ mW/cm}^2$ である。照度が 10 mW/cm^2 を越えると重合反応と同時に架橋反応が併発しゲル化が起こり易い。照射光量すなわち照射エネルギーは、上記照度に時間を乗ずることにより得られるが、本発明において好ましい照射光量は、 $10 \sim 10,000 \text{ mJ/cm}^2$ である。かかる照射光量は、照度 $0.1 \sim 10 \text{ mW/cm}^2$ の光であれば、 $1 \sim 120$ 分照射することにより得られる。紫外線の光源としては、例えば蛍光ケミカルランプ、蛍光青色ランプ、メタルハライドランプまたは高圧水銀ランプ等が使用できる。紫外線を照射する単量体水溶液は、反応中攪拌することが好ましい。この攪拌方法は特に限定されず、例えば攪拌羽根を用いることができる。この攪拌により、効率よく重合反応を進行させることができる。反応液を覆う雰囲気としては、空気、窒素ガスまたは二酸化炭素ガス等のいずれでもよいが、好ましくは窒素ガスである。

【0010】上記の光重合法によれば、単量体、ポリマーおよび光重合開始剤が水性媒体に溶解したプレポリマーが得られる。プレポリマーは、前述のとおり吸水性樹脂複合材等の製造に用いられる。吸水性樹脂複合材の具体例としては、繊維状、不織布状、フィルム状またはシート状の吸水性樹脂成型体および紙、パルプ等の基材にプレポリマーを加工して得られる吸水性樹脂複合材が挙げられる。更に、プレポリマーを型枠等に流し込み加工することにより、任意の形状に成型加工することもできる。この場合の成型体は、プレポリマーの単独加工でも、或いはその他の基材との複合加工としても良い。プレポリマーを吸水性樹脂に変換するには、プレポリマーに架橋性単量体を添加した上、重合、硬化させる。この際の重合方法としても紫外線照射による光重合が好ましく採用できる。架橋性単量体としては、メチレンビスアクリルアミド、エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリアリルシアヌレート、エチレングリコールジグリシジルエーテル、ポリエチレングリコールジグリシジルエーテルおよびトリメチロールプロパン等が挙げられる。

【0011】上記プレポリマーに発泡剤を配合した上で、重合、硬化させることもできる。発泡剤は重合熱によって分解して、得られる吸水性樹脂を多孔質な構造にする作用があり、多孔質な吸水性樹脂は吸水速度が速いという特長がある。発泡剤としては、従来公知の無機系、有機系発泡剤から任意に選択して使用することが可能である。中でも無機系炭酸塩が好適であり、無機系炭酸塩の例としては、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素カリウム、炭酸アンモニウム、炭酸水素アンモニウム、炭酸マグネシウム、炭酸カ

ルシウム、炭酸バリウム等およびこれらの水和物等が挙げられ、それらの1種または2種以上が用いられる。特に、本発明にとり好ましい炭酸塩は1価カチオン例えばナトリウム、カリウム、アンモニウムの炭酸塩または炭酸水素塩である。また、アゾ系重合開始剤が有機系発泡剤として有効である。アゾ系重合開始剤は低温でプレポリマーを重合硬化させることができ、しかも重合硬化時に分解して窒素ガスを発生するので、発泡剤として好適である。このようなアゾ系重合開始剤としては、アゾニトリル化合物、アゾアミジン化合物、アゾアミド化合物、アルキルアゾ化合物等が好ましい。10時間半減期温度が 100°C 以下のものが特に好ましく、具体的には、2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)二塩酸塩、2, 2'-アゾビス[2-(2-イミダゾリン-2-イル)プロパン]二塩酸塩、2, 2'-アゾビスイソブチルアミド二水和物などが挙げられる。発泡剤のプレポリマー溶液への添加量は、プレポリマー固形分に対し $0.001 \sim 10$ 重量%であるのが好ましく、より好ましくは $0.01 \sim 5$ 重量%である。

【0012】上記プレポリマーから種々の吸水性材料を製造することができる。例えば、プレポリマーをポリエチレンまたはポリプロピレンフィルムのような基材フィルム表面上に塗工し、重合、硬化することによれば、吸水性樹脂フィルムを得ることができる。また上記基材フィルムへの塗工に際して、直線的な塗工、曲線的な塗工または様々な模様を得られるように印刷塗工等を採用することにより、色々な吸水性材料を得ることができる。また、プレポリマーを細孔から押し出し、出てくる繊維状プレポリマーに紫外線を照射して重合、硬化させることにより、繊維状吸水性樹脂を得ることもできる。得られる繊維状吸水性樹脂を積層したうえ繊維同士を加熱融着させて、不織布に加工成形することもできる。

【0013】

【実施例】以下に、実施例および比較例を挙げることににより本発明をさらに具体的に説明する。

【実施例1】(プレポリマー製造) アクリル酸ナトリウム $70 \text{ mol}\%$ およびアクリル酸 $30 \text{ mol}\%$ からなる単量体成分の水溶液(単量体成分 $35 \text{ 質量}\%$)と2-メトキシエチルアクリレート $5 \text{ 質量}\%$ (対単量体成分)とからなる単量体水溶液を 20°C に冷却し、次いで、窒素ガスを吹き込み、溶存酸素量を 1 ppm 以下とした。この単量体水溶液 500 g を 1000 ml ガラスビーカーに注ぎ、窒素ガス雰囲気下に攪拌機(スリーワンモーター)で攪拌しながら、光重合開始剤として1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン $0.01 \text{ 質量}\%$ (対単量体成分)および連鎖移動剤として次亜リン酸ソーダ $0.1 \text{ 質量}\%$ (対単量体成分)を添加混合した。次に、 20°C の反応液にガラスビーカー側面から紫外線(ハンディーUVランプ、発光長 365 nm 、型番LUV-6、井内盛栄堂社製)を照射して重合を開始した。

ガラスビーカー内に照射される紫外線強度はビーカー中央（中心軸付近）で0.5mW/cm²であった。10分間紫外線を照射して（光量300mJoule/cm²）、反応液温度が30℃となった時点で紫外線ランプを消し、反応液の入ったビーカーを氷浴中に冷却して目的のプレポリマー1を得た。こうして得られたプレポリマー1は、重量平均分子量550万のポリマーを14質量%含有する、粘度18,000mPa・s（25℃）の均質な溶液であった。なお、上記分子量等の物性値の測定は以下の方法によった。

○重量平均分子量の測定；ゲルパーミエーションクロマトグラフィー法によった。使用した分離カラムは、東ソー株式会社商品名TSK-gelG4000PWXL+G3000PWXL+G2500PWXL（3本を直列に接続）であり、溶離液は0.1MNaClを含むリン酸緩衝液であった。

○粘度の測定；B型粘度計を用いて、25℃にて測定を行った。

（プレポリマー1の評価）プレポリマー1にジエチレングリコールジグリシジルエーテル、ジエチレングリコールジアクリレート、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトンおよび過硫酸ナトリウムをそれぞれプレポリマー1中の単量体と重合体の合計量に対して0.1質量%添加して得た混合液を、PPフィルムに塗工した

後に紫外線を照射して得られた吸水性フィルム（膜厚60μ）は自重の40倍の0.9%生理食塩水を吸収した。

【0014】

【比較例1】アクリル酸ナトリウム50mol%およびアクリル酸50mol%からなる単量体成分の水溶液（単量体成分50質量%）と2-メトキシエチルアクリレート5質量%（対単量体成分）とからなる単量体水溶液100重量部に平均分子量200,000の20wt%ポリアクリル酸ソーダ水溶液（商品名アロンA-7100、東亜合成株式会社製）を100重量部混合してプレポリマー2を得た。こうして得られたプレポリマー2は、粘度15,000mPa・s（25℃）の均質な溶液であった。以下、実施例1で用いたプレポリマー1をプレポリマー2と変更した以外は実施例1と同様な操作を行って樹脂フィルムを得た。しかし、このフィルムは水溶性であり、目的とする吸水性フィルとはならなかった。

【0015】

20 【発明の効果】本発明のプレポリマーによれば、吸水性能に優れる吸水性樹脂を容易に得ることができ、さらに該プレポリマーは適度な粘度を有する点で塗布、成形等が容易なために種々の吸水性樹脂複合材を得るために用いることができる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード（参考）	
C08J 9/06	CEY	C08J 9/06	CEY	4J100
// A61F 13/53		A61F 13/18	307	A
A61L 15/60				

(72) 発明者 山本 浩司
愛知県名古屋市港区昭和町17番地23 東亜合成株式会社生産技術研究所内

(72) 発明者 阿津地 稔
愛知県名古屋市港区船見町1番地の1 東亜合成株式会社高分子材料研究所内

F ターム(参考) 4C003 AA23
4F074 AA47 AA48 AB01 AB05 AG17
AH03 BA01 BB21 CA21 DA53
4J002 BG011 CH052 EF046 EG016
EH077 EN097 EN137 EP017
EV237 GD03 HA04
4J011 HA02 HB05 HB13 HB14 PA69
PC02 PC08
4J026 AA43 AA47 AA48 AA50 AA60
AA62 AC33 AC35 BA25 BA29
BA30 BA32 BA39 BA43 BB03
DA02 DA07 DA12 DA15 DB02
DB06 DB08 DB29 DB30 DB36
FA04 FA05 GA06
4J100 AE77Q AJ02P AK03P AK08P
AL62Q AL66Q AM24Q BA08Q
BC73Q CA04 CA23 DA01
DA09 FA19 FA43 JA60